

10/030867
PCT/JP01/01125

#2

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

16.02.01

REC'D 06 APR 2001

WIPO

PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 2月22日

出 願 番 号

Application Number:

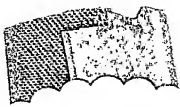
特願2000-044422

JP01/1125
4

出 願 人

Applicant (s):

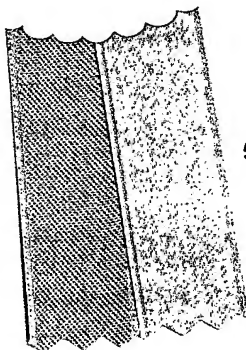
信越半導体株式会社



PRIORITY
DOCUMENT

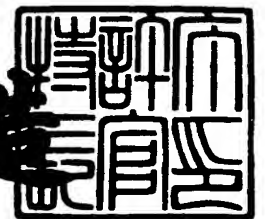
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2001年 3月23日



特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3021350

【書類名】 特許願

【整理番号】 9900103

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

 【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越半導体株式会社
 社 半導体磯部研究所内

 【氏名】 木村 雅規

【特許出願人】

 【識別番号】 000190149

 【氏名又は名称】 信越半導体株式会社

 【代表者】 小柳 俊一

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 055686

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 半導体単結晶の成長方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法による半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、結晶の引き上げ中における成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合が 60%以上となった時以降では、前記ヒータによる加熱に加えて前記補助加熱手段により補助的に坩堝を加熱しながら単結晶を引き上げることを特徴とする半導体単結晶の成長方法。

【請求項 2】 単結晶表面の引き上げ軸方向の温度勾配を、前記成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合によらず一定に保つように、前記補助加熱手段により補助的に加熱することを特徴とする請求項 1 記載の半導体単結晶の成長方法。

【請求項 3】 前記ヒータと前記補助加熱手段の電力値および／または両者の割合を総合伝熱解析計算により求めて制御目標値とし、該制御目標値に近づけるように単結晶引き上げ時に前記ヒータと補助加熱手段の電力を制御することを特徴とする請求項 1 または 2 記載の半導体単結晶の成長方法。

【請求項 4】 原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法による半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、単結晶棒を融液から切り離して結晶製造装置から取り出した後、坩堝内に残った原料に新たに原料を加えて溶融し、種結晶を融液に接触させて再び単結晶を引き上げる際に、少なくとも単結晶棒を融液から切り離す時点から坩堝内に新たに原料が投入され坩堝内の原料が完全に溶融する時点まで、前記原料融液が固化しないように前記ヒータと前記補助加熱手段により坩堝を加熱することを特徴とする半導体単結晶の成長方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法（以下CZ法と称することがある）によりシリコン等の半導体単結晶を成長する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

現在、シリコン等の半導体単結晶はCZ法によって製造される場合が多い。このCZ法に用いられる単結晶製造装置は図3に示すように、原料12を充填する坩堝4と、該坩堝4を囲繞するヒータ2と該ヒータの周囲に配された断熱材8と、坩堝内の融液に種結晶14を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備している。

従来、CZ法によって半導体単結晶を成長させる際、前記半導体製造装置1を用いて、坩堝4に原料12を充填し、前記坩堝4を囲繞するヒータ2により原料12を加熱して融液とし、該融液に種結晶14を接触させた後、回転させながらゆっくりと引き上げることで単結晶13を成長させ引き上げることが行われてきた。ここで、単結晶13は拡径部13a、製品として使用できる定径部（直胴部と称することがある）13b、縮径部13cを持つように引き上げられ、縮径部13c形成の後に融液から切り離される。

【0003】

単結晶製造において、高収率を得るためには、拡径部と縮径部の長さに対して、定径部の長さを可能な限り長く形成する必要がある、より多くの融液量からの引き上げが必要となる。結晶の直径が大直径化するほど拡径部と縮径部の割合が大きくなるのでこの対策が重要となり、大直径の坩堝を使用してより多くの原料を用いる必要が高くなる。

また、高収率を得るための別の方法として、融液量が可能な限り残り少なくなるまで単結晶棒を引き上げることも重要である。ここで、結晶引き上げ前の原料の重量に対する成長中の単結晶重量の割合を百分率で表した値を単化率とも称する。従って、大直径結晶を高収率で引き上げるためには、大直径坩堝を用いると

ともにさらに高い単化率で単結晶棒を引き上げることが重要と言える。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、坩堝の大直径化に伴い、融液表面からの放射熱量が増加するため、坩堝を囲繞するヒータによる側面からの加熱のみでは、加熱量が不足気味になる。特に、単結晶棒の直胴部後半や、単結晶棒を切り離した後は、融液深さが浅いので側面からの受熱面積が減少し、加熱効率が低下する。その結果、融液が固化する現象がしばしば生じるようになる。ここで、固化とは、融液の表面あるいは内部の一部あるいは全てが冷えて固体となる現象を意味する。そして、固化現象による最悪の結果としては、融液中に発生した固体領域と結晶の成長界面が接触した場合であり、その時点以降は有転位成長するため、単結晶の引き上げが不可能となる。また、融液の大半が固化した場合には容積変化（シリコンの場合には体積膨張）により坩堝が破壊してしまうため、その時点以降の結晶引き上げが不可能になるとともに安全上の問題が生じる。

【0005】

このような融液の固化を回避するために、図4に示すように坩堝を囲繞するヒータのヒータ電力を増加させる方法が考えられる。しかし、ヒータからの加熱量の増加により、引き上げ中の単結晶の温度勾配が緩やかになり、単結晶の成長速度を遅くしなければならなくなる。あるいは結晶欠陥が形成される温度領域で徐冷され、欠陥サイズが大きくなるといった問題が生じる。ここで形成される結晶欠陥は、例えば結晶の成長界面で取り込まれた空孔や格子間原子がその後の冷却中に凝集し、その結果形成されたボイドと呼ばれる空洞や転位の塊（クラスタ）である。

また、過度にヒータ電力を増加させた場合、坩堝の温度が必要以上に高温となり、坩堝が変形したり、或いは融液と接する坩堝の内面が変質することがある。坩堝が大きく変形すると、単結晶やヒータなどの部材に坩堝が接触し、引き上げの中断を余儀なくされる。また、融液と接する坩堝面が変質した場合には、この変質部分が融液中に剥離し結晶成長界面に到達して単結晶が有転位化することもある。

【0006】

以上、結晶引き上げ中に坩堝内の融液が残り少なくなった時に生じる問題について説明してきたが、単結晶を切り離した後に坩堝内に残る融液に対しても、同様に、固化問題と過度のヒータ加熱による坩堝の劣化といった問題がある。すなわち、坩堝内に残った融液について固化が問題となるのは、マルチプリングを行う場合である。ここで、マルチプリングとは、成長した単結晶棒を融液から切り離して単結晶製造装置から取り出した後、坩堝内に残った融液に原料を追加投入し、原料を溶融後、種結晶を接触させて別の単結晶棒の引き上げを再び行うことである。

【0007】

マルチプリングにおいて、単結晶を切り離した後から、原料を追加投入し坩堝内の全ての原料を溶融するまでの間は、融液が急激に固化することを防止する必要がある。特に、少ない融液に新たに原料が投入された時点においては、投入された原料に融液の熱が奪われて融液温度が急激に低下する恐れがある。この時、もし融液が急激に固化しその体積変化により坩堝に異常な応力が加わると、坩堝が破壊され以降の引き上げが不可能になるからである。

【0008】

以上述べたように、従来の技術では、大直径坩堝を使用し高い単化率で結晶を引き上げる際や、マルチプリングにおける残り少ない融液に原料を追加投入する際に、坩堝内の融液の固化を結晶品質や操業性に影響を与えることなく防止することができず、適当な解決手段が望まれていた。

【0009】

本発明は上記の問題に鑑みてなされたもので、結晶品質や坩堝の耐久性に影響を与えることなく、残り少なくなった融液原料の固化を防止する方法を提供することを主たる目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、大直径坩堝による結晶引き上げにおいて、融液量が残り少なくなっても固化することなく、結晶引き上げを継続できる結晶成長方法について鋭意

研究を重ねた。その結果、融液量の減少に関わらず熱伝達効率が変わらない坩堝下方からの補助加熱を行うことにより、上記課題を解決することを着想し、改良を重ねた結果、本発明を完成するに至ったものである。

上記目的を達成するため、本発明の半導体単結晶の成長方法は、原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法による半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、結晶の引き上げ中における成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合が60%以上となった時以降では、前記ヒータによる加熱に加えて前記補助加熱手段により補助的に坩堝を加熱しながら単結晶を引き上げることとを特徴とする。

【0011】

このように、坩堝をその下方から補助的に加熱すれば、融液表面から輻射によって熱が奪われても、坩堝の下方から広い面積で効率的に熱を補うことが可能となる。しかも、坩堝を囲繞するヒータからの輻射熱のように、融液の量に従って受熱面積が変わることが無いため、融液量に関わらず常に一定の加熱効率を得られるという特徴がある。また、坩堝底面に対する加熱は自然対流による熱輸送を促進し融液全体を効率的に加熱することになるので、坩堝の側面からの加熱にくらべて、補助ヒータ電力に対する融液温度の時間的応答性が良い。これは特に速い成長速度で結晶を引き上げているときの融液量の減少速度が速い場合に対応できることを意味する。

また、坩堝を囲繞するヒータにかける電力を過度に増加させる必要が無くなり、単結晶の温度分布が変わることも坩堝が変形したり変質することも無くなる。

以上の結果、大直径坩堝であっても高い単化率まで結晶引き上げが可能となる。

【0012】

この場合、単結晶表面の引き上げ軸方向の温度勾配を、前記成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合によらず一定に保つように、前記補助加熱手段により補助的に加熱することが好ましく、さらに前記ヒータと前記補助加熱手

段の電力値および／または両者の割合を総合伝熱解析計算により求めて制御目標値とし、該制御目標値に近づけるように単結晶引き上げ時に前記ヒータと補助加熱手段の電力を制御することが好ましい。

このように、単結晶棒の熱履歴が引き上げ方向に一定となるように制御すれば、融液量の減少に関わりなく結晶欠陥サイズや分布を引き上げ方向に一定に保つことができ、一定品質の結晶を高い収率で得ることができる。さらに、各ヒータの電力を総合伝熱解析計算によって求めた値に従って制御すれば、引き上げ方向に一定の結晶品質を得るために、各ヒータ電力の組合せを試行錯誤で決定する必要が無くなるので、低コストで生産技術開発が可能となる。ここで、総合伝熱解析計算とは単結晶製造装置内の構造物間における輻射と伝導による伝熱を計算し、前記装置内部の温度分布を導き出す数値シミュレーションである。

【0013】

また、本発明の半導体単結晶の成長方法は、原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法によりマルチブリングを行う半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、単結晶棒を融液から切り離して結晶製造装置から取り出した後、坩堝内に残った原料に新たに原料を加えて溶融し、種結晶を融液に接触させて再び単結晶を引き上げる際に、少なくとも単結晶棒を融液から切り離す時点から坩堝内に新たに原料が投入され坩堝内の原料が完全に溶融する時点まで、前記原料融液が固化しないように前記ヒータと前記補助加熱手段により坩堝を加熱することを特徴とする。

このように、坩堝内の融液を下方から加熱することにより、坩堝内に残った少ない融液に対しても固化が抑制され、坩堝の破壊を防止できる。これは前述のように坩堝底面に対する加熱においては、融液量に関係なく補助ヒータからの受熱面積を大きく一定に確保できることと、底部加熱による自然対流により融液内の熱の輸送が促進されるからと考えられる。その結果、速い投入量速度で原料を投入することができる。

また、坩堝を囲繞するヒータにかかる電力を著しく増加させる必要がなくなり

、過度の加熱による坩堝の変形や耐久性の低下を未然に防止できる。

さらに従来法にくらべて、坩堝内に残す融液量を少なくすることができるので、高い収率で単結晶を得ることができる。

【0014】

本発明の半導体単結晶の成長方法が特に有効なのは、例えば内径が28インチ（約711mm）以上のるつぼを用いて、直径が12インチ（300mm）以上の単結晶を成長する場合である。シリコン単結晶の場合、ますます大直径化が進み、16インチ（400mm）あるいは20インチ（500mm）の単結晶が必要になってくることが予想される。それに対応してるつぼの内径も大型化し、内径40インチ（約1000mm）ないし60インチ（約1500mm）さらにはそれ以上のるつぼによる結晶成長を行うことになる。そうなれば、本発明の必要性がますます高くなると言える。

【0015】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態につき説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

図1は本発明における単結晶引き上げ装置の一例を示した説明図である。図1に示すように、チョクラルスキー法により結晶を製造する結晶引き上げ装置1において、原料12を充填する石英坩堝4とこれを支持する黒鉛坩堝5を備えており、さらにこれを囲繞するヒータ2を備えている。ヒータ2の外側には断熱材8が配置され保温効果を得ている。

【0016】

単結晶13の引き上げについては、結晶引き上げ機構（図示せず）に端部が繋がれたワイヤー16に連結された種ホルダー15に種結晶14を保持し、前記種結晶14を融液12に接触させて回転させながらゆっくり引き上げることにより単結晶13を成長させる。この時、単結晶13は拡張部13a、定径部13b、縮径部13cと順次形成されるように引き上げられる。

【0017】

ここで、坩堝の下方には該坩堝を下方から加熱する補助加熱手段として抵抗加熱による補助ヒータ9を備えている。補助ヒータ9の下方には断熱材11が配置

され保温効果を得ている。補助ヒータ 9 の形状は、融液量に関わらず坩堝を下方から加熱できる構造、大きさであれば良く、坩堝形状に合わせた形であっても良いし、坩堝の底面側から坩堝の側面側に多少回り込んだ形状であっても良い。補助加熱手段としては前記の抵抗加熱による補助ヒータのみならず、高周波加熱によるヒータ、輻射加熱用のランプ等を用いることも可能である。

【0018】

ヒータ 2 は、これを指示するヒータ支持軸 3 を介して昇降機構（図示せず）により昇降可能とされている。補助ヒータ 9 も同様に、支持軸 10 を介して昇降機構（図示せず）により昇降可能とされている。黒鉛坩堝 5 はこれを支持する坩堝支持円盤 6 に組み込まれ、該坩堝支持円盤 6 は坩堝軸 7 の上端に固定されている。坩堝軸 7 は駆動機構（図示せず）によって昇降、回転自在とされている。

これらの黒鉛坩堝 5 およびヒータ 2 および補助ヒータ 9 の位置関係は、例えば単結晶引き上げ時における坩堝内の原料 12 の残量その他の状態により自在に変化させることが可能なようになっている。

【0019】

補助ヒータ 9 は、ヒータ 2 と独立に制御された電力供給装置（図示せず）につなげて良いし、互いに連携するようにつなげて良い。結晶品質は単結晶の温度勾配により左右されるため、総合伝熱解析計算により少なくとも単結晶表面の引き上げ軸方向の温度勾配が単化率が変わっても一定に保たれるように、前記両者のヒータ電力および／または両者の割合を求めておき、これを設定値として該設定値に近づくようにヒータ電力を制御することがより好ましい。より具体的には、例えば、総合伝熱解析計算の際に単結晶の温度勾配が一定になるようにヒータ 2 にかかる電力を与えておき、全体の熱バランスと単結晶直径を任意に制御できるように補助ヒータ 9 にかかる電力を導き出すことが好ましい。実際の結晶引上においては、ヒータ 2 にかかる電力の時系列変化を優先として、単結晶直径制御に関わる制御因子として補助ヒータ 9 にかかる電力を制御すれば良い。

【0020】

以下、この発明における単結晶引き上げ装置 1 を用いて単結晶の引き上げおよび、マルチプリングにおける原料再投入を行う場合について説明する。

この単結晶引き上げ装置 1 を用いて単結晶を引き上げる場合、原料融液 1 2 の残量が少なくなると、ヒータ 2 からの受熱面積が少なくなる。一方、融液表面からは常にその面積すなわち坩堝内径の二乗に比例して熱放射により熱が奪われていく。従ってヒータ 2 のみでは融液の温度を維持することが困難になる。この傾向は坩堝が大直径化するほどより顕著になってくる。

【 0 0 2 1 】

そこで、融液量が残りに少なくなるとつれて補助ヒータ 9 で坩堝下方から補助加熱を行う。このようにすれば、融液の残量に関わらずヒータ 2 からの受熱面積の低下分を補うことが可能になり、ヒータ 2 への電力を過度に増加させることなく融液の温度を適当な温度に維持することができる。ヒータ 2 の電力を過度に増加させずに済むので、引き上げ中の単結晶の温度分布は殆ど影響を受けない。単結晶の温度分布を急冷気味にしたければ、補助ヒータ 9 の電力を高めにして、ヒータ 2 の電力を小さめにすれば良いし、その逆に、単結晶の温度分布を徐冷気味にしたければ補助ヒータ 9 の電力を小さめにして、ヒータ 2 の電力を高めにするれば良い。

本方法を用いれば、坩堝内に残す融液量を少なくすることができるので、高収率で単結晶を得ることができる。

【 0 0 2 2 】

マルチプリングにおいては、単結晶棒を融液から切り離し、単結晶引き上げ装置 1 から取り出した後、坩堝内に残った原料融液に新たに原料を追加投入し再び単結晶引き上げを行う。原料を追加投入する際に重要なことは、原料融液が完全に固化することがないように温度を維持することである。何故なら、もし、原料融液が坩堝内で完全に固化してしまうと、固化時の体積変化によって坩堝に応力が加わり坩堝が破壊してしまうからである。

【 0 0 2 3 】

そこで、単結晶棒を切り離した後の融液が完全に固化しないように、補助ヒータ 9 で坩堝下方から補助加熱を行う。このようにすれば、融液の残量に関わらずヒータ 2 からの受熱面積の低下分を補うことが可能になる。また、原料を追加投入する際にも融液の温度が低下しやすいので、原料の投入に合わせて補助ヒータ

の電力を増加させる。

このようにすれば、ヒータ 2 への電力を過度に増加させることなく融液の温度を適当な温度に維持することができる。その結果、坩堝の変形や劣化が防止される。

また、本方法を用いれば坩堝内に残す融液量を少なくすることができるので、高収率で単結晶を得ることができる。

【0024】

【実施例】

以下、本発明を実施例および比較例を挙げて説明する。

(実施例 1)

図 1 に示す本発明の単結晶引き上げ装置 1 を用いてシリコン単結晶の引き上げを行った。石英坩堝 4 のサイズは内径 3 2 インチであり、3 0 0 k g のシリコン原料 1 2 を石英坩堝 4 に充填して直径 1 2 インチ結晶の引き上げを行った。単化率が 0 ~ 6 0 % の範囲ではヒータ 2 のみによる引き上げを行い、単化率 6 0 % 以上ではヒータ 2 による加熱に加えて補助ヒータ 9 による補助加熱を行った。尚、単結晶の定径部における引き上げ速度が 0 . 8 mm/min に保たれるようにヒータ 2 と補助ヒータ 9 の電力を制御した。具体的には、単化率 6 0 % 以上で、ヒータ 2 にかかる電力は一定にしておいて、補助ヒータ 9 により直径制御に関わる加熱制御を行った。本テストでの試験引き上げ本数は 1 0 本である。

【0025】

(比較例 1)

また、比較のために、引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 1 2 の量は実施例 1 と同じとして、終始ヒータ 2 のみによる直径 1 2 インチ結晶の引き上げを試みた。単結晶の引き上げ速度は実施例 1 と同様に単結晶の定径部における引き上げ速度が 0 . 8 mm/min に保たれるようにヒータ 2 の電力を制御した。試験引き上げ本数は 1 0 本である。

【0026】

単化率 6 0 %、7 0 %、8 0 %、8 5 % の時点における融液の固化発生有無を調査し、これらの実施例 1、比較例 1 の調査結果を、試験引き上げ本数に対する

固化発生本数の百分率として表 1 に示した。

【 0 0 2 7 】

【表 1】

単化率(%)	実施例 1 (%)	比較例 1 (%)
60	0	0
70	0	20
80	0	50
85	0	100

【 0 0 2 8 】

表 1 より、実施例 1 の本発明の単結晶引き上げ方法では、単化率が 6 0 % 以上で補助ヒータ 9 による加熱を行ったので、6 0 % から 8 5 % までの全ての単化率において融液に固化を生じることなく安定して単結晶を引き上げられることができた。

【 0 0 2 9 】

一方、比較例の従来の単結晶引き上げ方法では、単化率 7 0 % で融液表面に固化が発生す場合が見られた。さらに、単化率が 8 5 % になると全ての引き上げテストにおいて固化が発生し、単結晶の成長界面に付着したため結晶引き上げの続行は不可能となった。比較例 1 では補助ヒータ 9 を使用しなかったため、単化率が 7 0 % の時点で固化が発生したが、実施例 1 では単化率が 6 0 % 以上で補助ヒータ 9 による加熱を行ったので、固化は発生しなかった。このことから、単化率が 6 0 % 以上では、補助ヒータ 9 による補助加熱が有効であると言える。

【 0 0 3 0 】

(実施例 2)

引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 1 2 の量は実施例 1 と同じとして、単結晶の定径部における引き上げ速度が 0. 8 mm/min に保たれるように直径 1 2 インチ結晶の引き上げを試みた。ここで引き上げに先立ち、単化率が 6 0 %、7 0 %、8 0 %、8 5 % と増加しても単結晶中の引き上げ軸方向の温度分布が変わらないように、総合伝熱解析計算を用いてヒータ 2 と補助ヒータ 9 の電力を求めておいた。そして単結晶を引き上げる際には、求めた電力値に近づくように結晶引き上

げ時のヒータ電力を制御した。本実施例においては、単化率 60～69%、70～79%、80～85%において、ヒータ 2 とヒータ 9 にかけた電力は、それぞれ、150 kW と 20 ± 5 kW、145 kW と 25 ± 7 kW、140 kW と 28 ± 8 kW であった。ここで、補助ヒータ 9 にかけた電力値の幅は単結晶直径制御の為に変動させたことによる。

引き上がった単結晶の結晶欠陥密度を調査するため、FPD (Flow Pattern Defect) を測定した。FPD とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた、 $K_2Cr_2O_7$ と弗酸と水の混合液で表面をエッチング (Secco エッチング) することによりピットおよびさざ波模様が生じる。このさざ波模様を FPD と称し、空孔が凝集して形成された空洞であると考えられる。

【0031】

引き上がった単結晶の引き上げ軸方向の FPD 密度分布を調査した結果、全ての引上軸方向の位置において、FPD 密度は $300 \sim 320 / cm^2$ の範囲に入っており、総合伝熱解析計算によりヒータ電力を求める方法が良好に作用していることが証明された。

総合伝熱解析計算を用いない場合、ヒータ 2 と補助ヒータ 9 の電力について、数多くの組合せによる単結晶引き上げテストを行い、結晶欠陥分布を調査しなければならない。このため、単結晶引き上げ条件の決定に多大な費用と時間が費やされる。

しかし、本発明のように総合伝熱解析計算により欠陥分布が一定となるヒータ電力を求めておけば、引き上げテスト回数を非常に少なくすることができる。ヒータ電力を調製したければ、単結晶を徐冷する度合い、あるいは急冷する度合いに合わせて再度総合伝熱解析計算を行えばよい。

【0032】

(実施例 3)

引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 12 の量は実施例 1 と同じとして、直径 12 インチ結晶の引き上げを行った。単化率 60% 以上で補助ヒータ 9 による補助加熱を行い、単化率 70% で単結晶棒を融液から切り離した。その後、単結晶を

切り離した時点におけるヒータ 2 の電力を維持しつつ、補助ヒータ 9 により融液が固化しないように補助加熱しながら、残った融液に新たに 1 1 0 k g の原料を追加投入し、単化率 7 0 % の 2 本目の単結晶引き上げを行った。

【 0 0 3 3 】

（比較例 2）

また、比較のために、引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 1 2、単化率、追加原料の量は実施例 2 と同じとして、終始ヒータ 2 のみによる引き上げを試みた。尚、1 本目の単結晶を切り離した後、坩堝内の融液が固化しないように、ヒータ 2 の電力を増加させた。

【 0 0 3 4 】

実施例 2 では、石英坩堝に変形は見られなかったが、比較例 2 では、石英坩堝の直胴部上部が内側に変形していた。このことより、坩堝の下方から補助加熱することにより坩堝の変形が防止されることが判る。

【 0 0 3 5 】

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなる場合であっても本発明の技術的範囲に包含される。

【 0 0 3 6 】

例えば、本発明で言うチョクラルスキー法とは、坩堝内の融液に磁場を印加しながら単結晶を育成する、MCZ 法（磁場印加引き上げ法）も含むものであり、カスプ磁場印加法、水平磁場印加法、垂直磁場印加法もこれに含まれる。本発明の単結晶引き上げ方法は、当然 MCZ 法においても適用でき、その効果を発揮するものである。

【 0 0 3 7 】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、大直径坩堝を使用した際においても坩堝内の原料融液が残り少なくなるまで融液の固化を発生させることなく、安定した単結晶の成長が可能となる。また、マルチプリングにおける原料追加投入時の

融液を安定して維持できる。その結果、高い収率で単結晶を得ることが可能となる。さらに、結晶品質が成長方向に安定した単結晶を引き上げることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の結晶引き上げ装置の一例を示した説明図である。

【図 2】

本発明の結晶引き上げ時のヒータ電力と単化率との関係の一例を示した説明図である。

【図 3】

従来 of 結晶引き上げ装置の一例を示した説明図である。

【図 4】

従来 of 結晶引き上げ時のヒータ電力と単化率との関係の一例を示した説明図である。

【符号の説明】

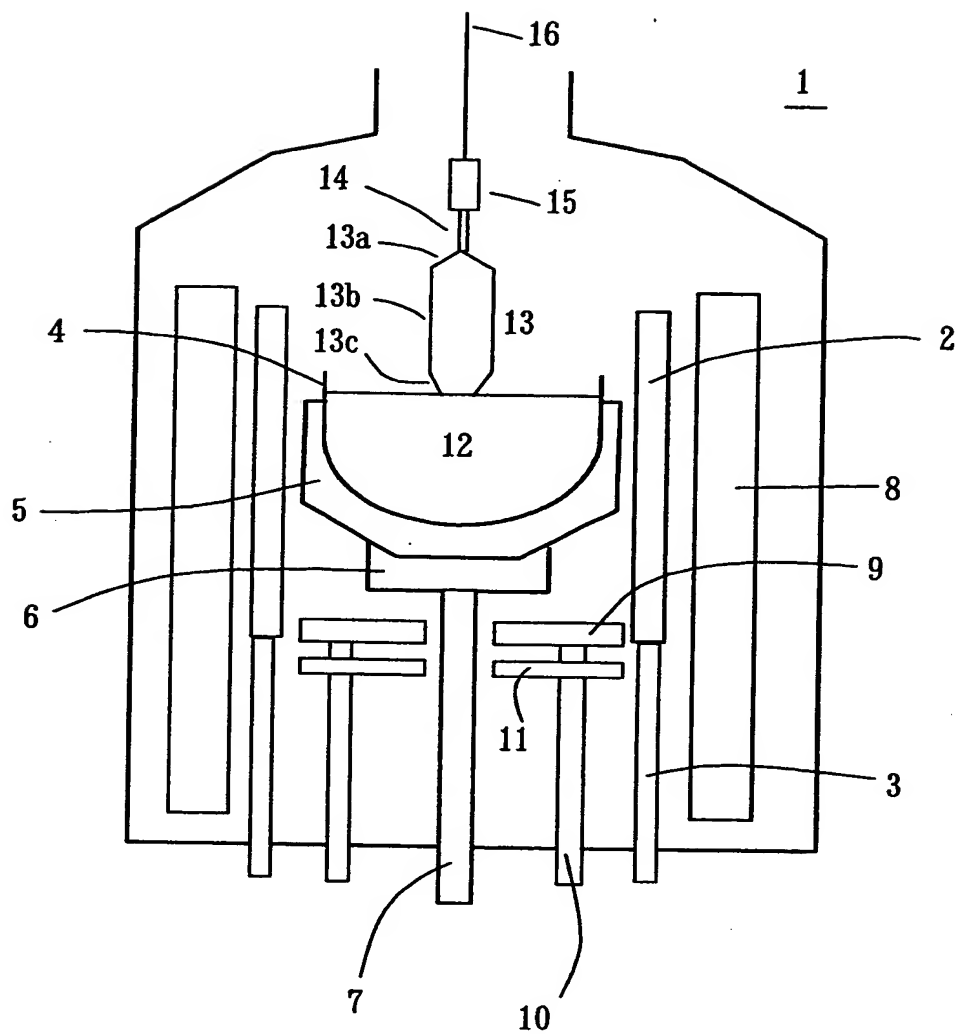
- 1 結晶引き上げ装置
- 2 ヒータ
- 3 ヒータ支持軸
- 4 石英坩堝
- 5 黒鉛坩堝
- 6 坩堝支持円盤
- 7 坩堝軸
- 8 断熱材
- 9 補助ヒータ
- 10 補助ヒータ支持軸
- 11 断熱材
- 12 原料
- 13 結晶
- 13 a 拡径部

- 1 3 b 定径部
- 1 3 c 縮径部
- 1 4 種結晶
- 1 5 ホルダー
- 1 6 ワイヤー

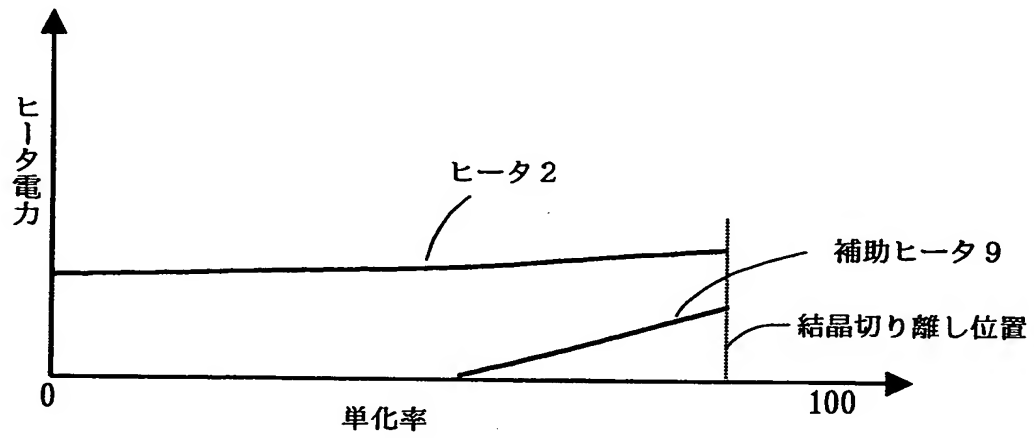
【書類名】

図面

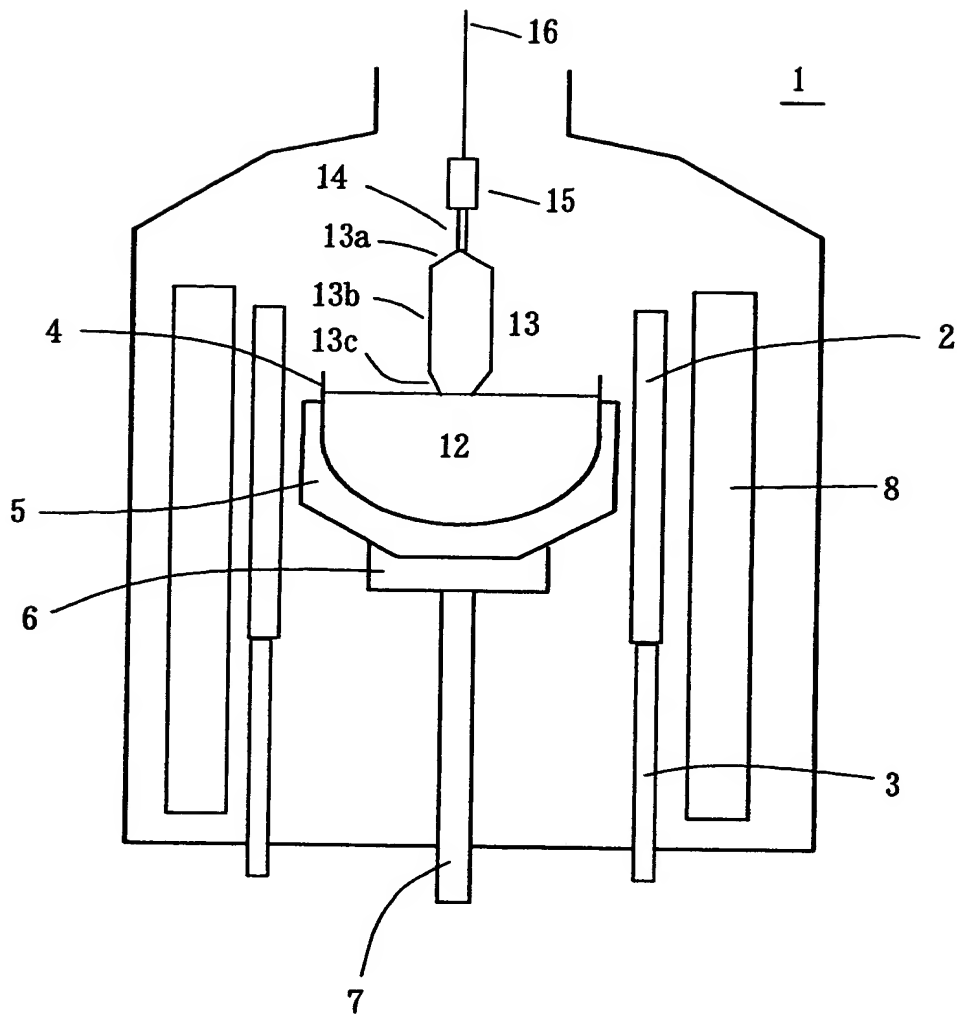
【図1】



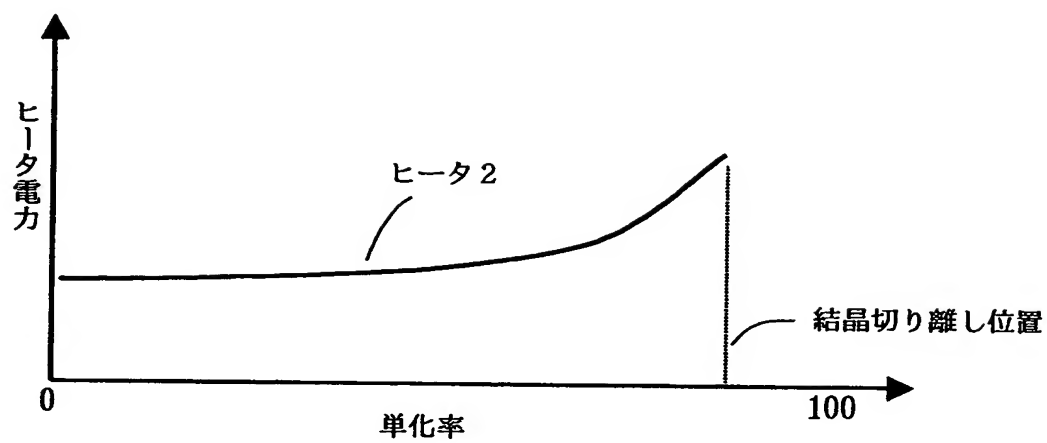
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 大直径坩堝を使用した際でも、結晶品質や坩堝の耐久性に影響を与えることなく残り少なくなった融液原料の固化を防止し、高収率で単結晶を成長する方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも原料を充填する坩堝と該坩堝を囲繞するヒータと該坩堝の下方に補助加熱手段を備えたチョクラルスキー法により単結晶を製造する結晶引き上げ装置を用いて、坩堝内の原料融液が残り少ない状態では前記ヒータと前記補助加熱手段による加熱を行いながら単結晶を引き上げるか、あるいは原料の追加投入を行う方法。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-044422
受付番号	50000200422
書類名	特許願
担当官	仲村 百合子 1730
作成日	平成12年 2月23日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成12年 2月22日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000190149]

1. 変更年月日 1990年 8月 7日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号
氏 名 信越半導体株式会社